RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

### **INSTITUT NATIONAL** DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

(11) No de publication :

2 829 775

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national :

01 12160

(51) Int Cl7: C 22 C 38/04, C 21 D 8/10

(12)

#### **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A1** 

- (22) **Date de dépôt** : 20.09.01.
- 30) Priorité :

(71) **Demandeur(s)** : *USINOR Société anonyme* — FR.

- Date de mise à la disposition du public de la demande : 21.03.03 Bulletin 03/12.
- (56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule
- (60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- (72) Inventeur(s): GUELTON NICOLAS et SCHMITT JEAN HUBERT.
- (73) Titulaire(s) :
- (74) Mandataire(s): CABINET LAVOIX.
- PROCEDE DE FABRICATION DE TUBES ROULES ET SOUDES COMPORTANT UNE ETAPE FINALE D'ETIRAGE OU D'HYDROFORMAGE ET TUBE SOUDE AINSI OBTENU.
- Procédé de fabrication d'un tube soudé, comportant une étape finale d'étirage ou d'hydroformage, caractérisé en ce que:
- on procède à l'élaboration d'un alliage de composition, on proceed a relaboration of un alliage de composition, en pourcentages pondéraux,  $C \le 2\%$ ; Mn compris entre 10 et 40%, avec Mn% > 21, 66-9, 7C%;  $S_1 \le 5\%$ ;  $S_2 \le 0$ , 3%;  $P \le 0$ , 1%; Al  $\le 5\%$ ; Ni  $\le 5\%$ ; Mo  $\le 5\%$ ; Co  $\le 3\%$ ; W  $\le 2\%$ ; Cr  $\le 5\%$ ; Nb  $\le 1\%$ ; V  $\le 1\%$ ; Cu  $\le 5\%$ ; N  $\le 0$ , 2%; Sn  $\le 0$ , 5%; Ti < 1%; B  $\le 0$ , 1%; chacune des teneurs en As et Sb  $\le 0$ , 1%; chacune des teneurs en As et Sb  $\le 0$ , 1%;

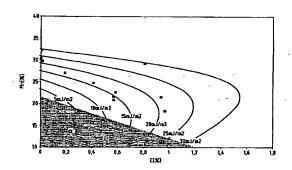
- on procède à sa coulée en demi-produit,

a) soit sous forme d'un lingot qui subit ensuite un dégrossissage pour le transformer en brame, soit directement sous forme d'une brame, ladite brame étant ensuite laminée à chaud sous forme d'une bande puis bobinée,

b) soit sous forme d'une bande mince;
on procède à un décapage de la bande si celle-ci est

oxydée en surface;

 on procède à la fabrication du tube soudé par formage d'une tôle découpée à partir de la bande précédente pour amener ses bords jusqu'à accostage, puis par soudage desdits bords, puis par élimination du bourrelet de soudure, puis par étirage à froid ou hydroformage.





L'invention concerne la sidérurgie. Plus précisément, elle concerne la fabrication de tubes soudés, généralement de petites dimensions, cette fabrication se terminant par une étape de mise en forme définitive par étirage ou hydroformage.

5

10

15

20

25

30

On peut utiliser une très grande variété de nuances d'acier pour réaliser des tubes soudés de petites dimensions, c'est-à-dire de quelques centimètres de diamètre, typiquement 2 à 10 cm, et de quelques millimètres d'épaisseur, typiquement de l'ordre de 5 mm. Pour des applications ne nécessitant pas de propriétés particulières pour le produit final, telles que les tubes d'échafaudage, on utilise habituellement des aciers au carbone et au manganèse de bas de gamme. Pour des applications plus exigeantes destinées, par exemple, au marché automobile, des aciers plus complexes sont utilisés. Les lignes d'échappement, par exemple, sont réalisées en acier inoxydable, ferritique ou austénitique, dont les propriétés sont ajustées en jouant sur les conditions de recuit, d'écrouissage et d'étirage, ou en acier au carbone aluminié. Les pièces de structure d'automobiles, de poids lourds et de matériel ferroviaire sont classiquement en aciers au carbone-manganèse de structure ferrito-perlitique à haute résistance, comportant jusqu'à 0,2% de carbone et de 1,5 à 2% de manganèse, ces aciers subissant un étirage puis un recuit de normalisation. On peut également utiliser des aciers laminés à chaud à haute résistance de structure ferrito-bainitique ou des aciers laminés à chaud dual-phase à structure ferrito-martensitique, ou des aciers laminés à froid dual-phase. Tous ces aciers peuvent atteindre des prix élevés, moins en raison du coût de leur matière première que du coût des multiples opérations de recuit et de mise en forme qu'ils doivent subir.

Le but de l'invention est de procurer aux fabricants et utilisateurs de petits tubes soudés, notamment dans l'industrie automobile, un procédé de fabrication économique aboutissant à la réalisation de produits présentant des caractéristiques mécaniques élevées.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'un tube soudé, du type comportant une étape finale d'étirage ou d'hydroformage, caractérisé en ce que :

- on procède à l'élaboration d'un alliage de composition, exprimée en pourcentages pondéraux :

```
- C ≤ 2%;
                  - Mn compris entre 10 et 40%, avec Mn% > 21,66 - 9,7 C%;
                  - Si ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%, optimalement ≤ 0,5%;
                  - S ≤ 0,3%, préférentiellement ≤ 0,05%, optimalement ≤ 0,01%;
                  - P \le 0,1\%, préférentiellement \le 0,05\%;
5
                  - Al ≤ 5%, préférentiellement ≤ 0,1%, optimalement ≤ 0,03%;
                  - Ni ≤ 5%, préférentiellement ≤ 2%;
                  - Mo ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%;
                  - Co ≤ 3%, préférentiellement ≤ 1%;
                  - W ≤ 2%, préférentiellement ≤ 0,5%;
10
                  - Cr ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%;
                  - Nb ≤ 1%, préférentiellement ≤ 0,1%;
                  - V ≤ 1%, préférentiellement ≤ 0,1%;
                  - Cu ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%;
                  - N ≤ 0,2%, préférentiellement ≤ 0,1%, optimalement ≤ 0,05%;
15
                  - Sn ≤ 0,5%, préférentiellement ≤ 0,1%;
                  - Ti ≤ 1%, préférentiellement ≤ 0,1%;
                  - B ≤ 0,1%, préférentiellement ≤ 0,01%;
                  - chacune des teneurs en Ca et Mg ≤ 0,1%, préférentiellement ≤
                  0,01%;
20
                  - chacune des teneurs en As et Sb ≤ 0,1%, préférentiellement ≤
                  0,05%;
             - on procède ensuite à la coulée d'un demi-produit à partir de cet
     alliage,
                  soit sous forme d'un lingot qui subit ensuite un dégrossissage
25
             par laminage à chaud pour le transformer en brame, soit directement
              sous forme d'une brame, ladite brame étant ensuite laminée à chaud
              sous forme d'une bande puis bobinée,
                  soit sous forme d'une bande mince;
30
             - on procède ensuite à un décapage de la bande si celle-ci est
     oxydée en surface;
```

- on procède enfin à la fabrication du tube soudé par formage progressif d'une tôle découpée à partir de la bande précédente pour amener ses bords jusqu'à accostage, puis par soudage desdits bords, puis par élimination du bourrelet de soudure, puis par étirage à froid ou hydroformage.

De préférence, la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0 et 1,2% et la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 10 et 35%.

5

10

15

20

25

30

Encore plus préférentiellement, la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0,2 et 1,2%, et la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 10 et 30%.

Très avantageusement, la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0,2 et 0,8%, et la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 15 et 30%.

Optimalement, la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0,4 et 0,8%, et la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 20 et 24%.

Le laminage à chaud peut être précédé par un réchauffage effectué à une température ne dépassant pas 80°C en dessous de la température de solidus de l'alliage.

Le laminage à chaud peut être précédé par un réchauffage effectué à une température à laquelle on ne provoque pas la précipitation de nitrures d'aluminium.

La température de fin de laminage à chaud est de préférence supérieure ou égale à 900°C.

La température de bobinage après laminage à chaud est de préférence inférieure ou égale à 450°C.

On peut exécuter un recuit suivi d'une hypertrempe de la bande laminée à chaud bobinée, ledit recuit étant effectué dans des conditions permettant la remise en solution des carbures et évitant leur précipitation au refroidissement.

Après le laminage à chaud et l'éventuel recuit suivi d'une hypertrempe, on peut procéder à un laminage à froid de la bande, avec un taux de réduction minimal de 25%, précédé par un décapage.

Le taux de réduction de l'épaisseur de la bande lors de la première passe du laminage à froid de la bande est de préférence d'au moins 25%.

On peut procéder à un recuit de recristallisation de la bande à une température de 600 à 1200°C pendant 1 seconde à 1 heure.

L'invention a également pour objet un tube soudé produit par le procédé précédent.

Comme on l'aura compris, l'invention consiste d'abord à utiliser un alliage fer-carbone-manganèse de composition déterminée, et à lui faire subir une série de traitements thermomécaniques, avant son étape de mise sous forme de tubes, qui lui procurent les propriétés mécaniques souhaitées.

10

15

20

25

30

Ces alliages présentent, en effet, une forte capacité d'écrouissage qui leur permet d'associer, à l'issue de ces traitements, une très haute résistance (jusqu'à 1200 MPa) à une ductilité élevée (se traduisant par un taux d'allongement à la rupture allant jusqu'à 90%). Ils présentent donc les caractéristiques souhaitées pour la réalisation de tubes de petite taille tels que ceux utilisés par l'industrie automobile pour constituer, grâce à leur résistance élevée, des pièces de renfort de la structure du véhicule, telles que des barres anti-intrusion intégrées aux portières. Leur réserve de ductilité les rend également aptes à être utilisés pour former des longerons, qui doivent être capables d'absorber une énergie de déformation élevée.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit, donnée en référence à la figure unique annexée qui présente l'énergie de défaut d'empilement d'un alliage fer-carbone-manganèse en fonction de sa composition, à la température de 300 K.

En premier lieu, on procède à l'élaboration d'un alliage ferreux austénitique fer-carbone-manganèse, dont les teneurs en carbone et manganèse se situent dans les gammes suivantes (toutes les teneurs sont données en pourcentages pondéraux).

Les teneurs en carbone et manganèse sont comprises respectivement entre 0 et 2% et 10 et 40%, de préférence respectivement entre 0 et 1,2% et 10 et 35%, très préférentiellement respectivement entre 0,2 et 1,2% et 10 et 30%, très avantageusement respectivement entre 0,2 et 0,8% et 15 et 30%, et optimalement respectivement entre 0,4 et 0,8% et 20 et 24%;

Les teneurs admissibles pour les autres éléments de l'alliage sont les suivantes, sachant que tous ces éléments peuvent n'être présents qu'à l'état

de traces (on ne donnera donc pas, pour cette raison, de teneurs minimales précises en ces éléments).

La teneur en silicium doit être inférieure ou égale à 5%, de préférence inférieure ou égale à 1%, optimalement inférieure ou égale à 0,5%.

La teneur en soufre doit être inférieure ou égale à 0,3%, de préférence inférieure ou égale à 0,05%, optimalement inférieure ou égale à 0,01%.

5

10

15

20

25

30

La teneur en phosphore doit être inférieure ou égale à 0,1%, de préférence inférieure ou égale à 0,05%.

La teneur en aluminium doit être inférieure ou égale à 5%, de préférence inférieure ou égale à 0,1%, optimalement inférieure ou égale à 0,03%.

La teneur en azote est inférieure ou égale à 0,2%, de préférence inférieure ou égale à 0,1%, optimalement inférieure ou égale à 0,05%.

La teneur en nickel doit être inférieure ou égale à 5%, de préférence inférieure ou égale à 2%.

La teneur en molybdène doit être inférieure ou égale à 5%, de préférence inférieure ou égale à 1%.

La teneur en cobalt doit être inférieure ou égale à 3%, de préférence inférieure ou égale à 1%.

La teneur en tungstène doit être inférieure ou égale à 2%, de préférence inférieure ou égale à 0,5%.

Les teneurs en niobium et vanadium doivent chacune être inférieures ou égales à 1%, de préférence inférieures ou égales à 0,1%.

Les teneurs en chrome et cuivre doivent chacune être inférieures ou égales à 5%, de préférence inférieures ou égales à 1%.

La teneur en étain doit être inférieure ou égale à 0,5%, de préférence inférieure ou égale à 0,1%.

La teneur en titane doit être inférieure ou égale à 1%, de préférence inférieure ou égale à 0,1%.

Ces alliages peuvent également tolérer une teneur en bore maximale de 0,1%, de préférence au plus de 0,01%, une teneur maximale en calcium ou en magnésium de 0,1%, de préférence au plus de 0,01%, une teneur maximale en arsenic ou en antimoine de 0,1%, au plus de 0,05%.

Les bornes supérieures qui ont été posées correspondent à des teneurs qui, pour certains éléments, commencent à être nocives pour les propriétés de l'alliage. C'est, par exemple, le cas pour l'aluminium et le soufre. Pour d'autres éléments, ce sont essentiellement des critères économiques qui font poser de telles bornes supérieures. Ainsi, il n'y aurait que peu d'inconvénients métallurgiques à ajouter plus de 5% de nickel à l'alliage, mais on augmenterait ainsi inutilement son prix de revient.

Pour l'application visée par l'invention, on recherche des nuances du système ternaire Fe-C-Mn qui procurent une résistance élevée (de préférence au moins 1000 MPa) et un allongement également élevé (de préférence au moins 50%). De plus, pour des questions de coût, il n'est pas souhaitable d'avoir une teneur trop élevée en manganèse.

10

15

20

25

30

On sait que le mode de déformation des aciers austénitiques et des alliages apparentés dépend de leur composition chimique et de la température de déformation.

Comparativement aux aciers ferritiques qui se déforment principalement par glissement de dislocations, les aciers et alliages ferreux austénitiques possèdent de nombreux autres modes de déformation, en plus du glissement. Parmi eux, si leur énergie de défaut d'empilement s'y prête, il y a le maclage. Ce mode de déformation a l'avantage de procurer une plus grande aptitude à la déformation plastique et, par conséquent, une résistance plus élevée que celles résultant du simple glissement des dislocations. Il faut donc rechercher des conditions qui soient capables d'activer le maclage aux températures de mise en service des matériaux que l'on veut fabriquer, en particulier à la température ambiante pour le cas des pièces de véhicules automobiles, de manière à obtenir une grande capacité d'écrouissage. La possibilité d'obtenir un maclage mécanique est régie d'une part par la composition chimique de l'alliage, d'autre part par la température à laquelle se trouve le matériau, ces deux paramètres agissant sur l'énergie de défaut d'empilement, et enfin par la taille des grains du matériau qui détermine la cinétique du maclage. La formation trop importante de martensite ε (plus de 20% de la structure) et la formation de martensite  $\alpha'$  au moment de la déformation sont également des freins à l'obtention de propriétés mécaniques satisfaisantes, notamment d'une bonne ductilité. Il est donc important de disposer, avant l'ultime étape de mise en forme du tube, par étirage à froid ou par hydroformage, d'un matériau présentant toutes les caractéristiques souhaitables de ces points de vue. Le procédé selon l'invention donne accès à de tels matériaux.

5

10

15

20

La figure unique montre l'évolution théorique de l'énergie de défaut d'empilement dans le plan C/Mn à la température ambiante (300 K), sous la forme de courbes le long desquelles l'énergie de défaut d'empilement, exprimée en mJ/m², est constante. On a également reporté sur la figure une série de points du plan C/Mn (marqués par le signe ■) pour lesquels un maclage a effectivement été constaté soit par divers auteurs ayant publié leurs résultats, soit par les inventeurs, ainsi qu'une portion, qui doit être évitée, du domaine de la transformation martensitique  $\gamma \to \alpha'$  induite par déformation. Le tableau 1 regroupe les caractéristiques chimiques et (pour les échantillons testés par les inventeurs, c'est-à-dire les échantillons E à K) mécaniques des échantillons reportés sur la figure unique. Les propriétés mécaniques mentionnées sont la résistance à la traction Rm, l'allongement à la rupture A et leur produit. Les échantillons E à K ont subi un recuit à 800°C pendant 90 s, qui leur a procuré une taille de grain de 2 à 5 µm. On a également fait figurer dans ce tableau les énergies de défaut d'empilement (EDE) calculées à 300 K des échantillons.

											····	
Rm.A (Mpa.%)					45000	27600	63440	67600	61200	59000	52800	6
A (%)					9	99	52	65	99	20	44	rvée
Rm A (Mpa) (%)					750	096	1220	1040	1020	1180	1200	é obse
EDE calculée (mJ/m²)	21,51	29,63	23,46	29,52	17,06	16,22	14,60	13,93	16,13	21,46	20,92	éristiques d'échantillons pour lesquels une déformation par maclage a été observée
					60,03	< 0,0010	0,0344	< 0,0010	0,0012	0,0014	0,0012	ar macl
V (%) Ti (%) N					traces traces	traces	traces	.< 0,001	< 0,001	< 0,001	, 0,001	ation p
(%) ^					traces	traces	traces	traces	0,03	60,03	0,02	éform
Mo (%)					> 0,005	traces	00'0	, 0,001	0,043	600'0	0,004	nne d
Cu (%)					traces	traces	0,003	0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001	sdnels
Cr (%)					600'0	traces	0,005	0,049	0,052	0,047	0,038	oonr le
Ni (%)					0,004	traces traces traces traces traces traces	0,03	0,0042	0,003	0,002	0,002	tillons
Al (%)					0,002	0,012	0,003	> 0,002	o,002	> 0,002	> 0,002	échan
S (%)					900'0	> 0,002	0,0055	800'0	0,001	0,001	0,005	dnes d
Р (%)					0,01	traces	600'0	0,001	0,001	<0,001	0,001	ctéristi
Si (%)					°0,03	traces	0,038	600'0	0,011	0,011	600'0	Tableau 1 : caract
(%)	29,7	32,25	30,4	29,2	27,00	24,75	21,47	20,77	22,56	21,50	18,3	oleau (
C (%)	0,013	600'0	0,001	0,81	0,19	0,412	0,570	0,571	0,585	0,940	76'0	Tat
Ech.	٧	æ	ပ	۵	ш	Ľ.	ပ	ェ	-	7	~	

On constate que le maclage s'observe à température ambiante quand l'énergie de défaut d'empilement varie approximativement entre 15 et 30  $\rm mJ/m^2$ , ce domaine correspondant à une teneur en carbone de 0 à 1,6% et à une teneur en manganèse de 10 à 35%. En deçà de 10% de manganèse, la transformation en martensite  $\alpha'$  est spontanée. Au delà de 10% de manganèse, cette transformation ne se produit pas si, par ailleurs, les teneurs en carbone et manganèse sont liées par la relation :

$$Mn\% > 21,66 - 9,7 C\% (1)$$

Lorsque la température varie, l'énergie de défaut d'empilement varie également dans le même sens, à raison de  $\pm$  5 mJ/m² pour une variation de température de  $\pm$  50°C. Cette caractéristique est importante si l'opération de mise en forme doit être effectuée à une température inférieure à l'ambiante.

L'influence de la taille de grains sur l'énergie de défaut d'empilement peut également être appréciée. Une modification du procédé de fabrication de l'acier, par exemple un changement des conditions de recuit après bobinage ou après laminage à froid, peut conduire à une variation importante de la taille des grains. Ainsi, un acier dont la taille de grains est de 50 µm a une énergie de défaut d'empilement inférieure de 5 mJ/m² à celle d'un acier de composition similaire dont la taille de grains est de 2 à 5 µm.

Si on veut conserver l'assurance d'obtenir un mode de déformation par maclage, il est possible de jouer sur la composition chimique de l'acier pour compenser les effets des variations de température de mise en forme et de taille des grains. Lorsqu'un grossissement des grains de 50 μm est combiné à une diminution de la température de mise en forme de 50°C, l'énergie de défaut d'empilement diminue de 10 mJ/m². D'après la figure unique, une compensation de cette diminution est réalisée par une augmentation de la teneur en carbone de 0,4%, ou par une augmentation de la teneur en manganèse de 5%. Dans la pratique, on obtient donc un alliage conforme à l'invention si sa teneur en carbone est comprise entre 0 et 2%, si sa teneur en manganèse est comprise entre 10 et 40%, et si, de plus, ces teneurs obéissent à la relation (1), de manière à éviter la formation de martensite α' lors d'une déformation à température ambiante.

De plus, on a remarqué que le compromis résistance/ductilité optimal d'un alliage fer-carbone-manganèse est obtenu lorsque le mode de déformation activé est le maclage à la limite d'apparition de la martensite ɛ. Or, la confrontation des calculs d'énergie de défaut d'empilement avec les observations microstructurales révèle que la transition entre la transformation martensitique ε et le maclage s'effectue lorsque l'énergie de défaut d'empilement est de l'ordre de 15 mJ/m². On constate en effet sur les échantillons du tableau 1 que les échantillons G, H et I, qui ont une énergie de défaut d'empilement voisine de 15 mJ/m², ont les produits Rm.A les plus (supérieurs à 60 000), donc les meilleurs compromis résistance/ductilité. On remarque, par ailleurs, que l'échantillon F a un produit Rm.A inférieur à 60 000 bien que son énergie de défaut d'empilement soit aussi de l'ordre de 15 mJ/m². Mais sa teneur en carbone n'est pas suffisante pour le faire bénéficier pleinement du phénomène de durcissement dynamique, dont il sera question plus loin.

5

10

15

20

25

30

Compte tenu des effets combinés sur l'énergie de défaut d'empilement qu'il est possible d'obtenir en jouant sur la température et la taille des grains, il faut donc considérer, d'après la figure unique, que le domaine de composition préféré, de ce point de vue, est délimité par les courbes correspondant à des énergies de défaut d'empilement de 5 à 25 mJ/m², soit (pour la température considérée sur la figure de 300 K) par une teneur en carbone de 0 à 1,2% et une teneur en manganèse de 10 à 35%, la relation (1) précédente devant également être satisfaite.

D'autre part, la figure unique montre que le carbone et le manganèse contribuent tous deux à une augmentation de l'énergie de défaut d'empilement. Cependant, une augmentation de cette grandeur est moins coûteuse à obtenir par une addition de carbone que par une addition de manganèse, compte tenu des prix de revient des matériaux permettant de réaliser ces additions. En outre, la substitution du carbone au manganèse, à énergie de défaut d'empilement constante dans le domaine de déformation par maclage, à la limite de l'apparition de la martensite  $\varepsilon$ , se traduit par une augmentation des caractéristiques mécaniques, et ce pour deux raisons :

- l'interaction entre le carbone et les dislocations ; le carbone favorise l'écrouissage en stimulant l'émission de nouvelles dislocations mobiles servant à relayer celles qu'il a immobilisées ; ce phénomène est appelé « vieillissement dynamique » ;

5

10

15

20

25

30

- le « pseudo-maclage » ; le maclage d'une solution solide interstitielle cubique à faces centrées altère le motif cristallin ; en effet, le cisaillement de maclage convertit les sites octaédriques en sites tétraédriques ; le carbone qui occupait, avant maclage, les sites octaédriques, plus spacieux que les sites tétraédriques, se retrouve dans les sites tétraédriques ; une distorsion du réseau se produit, analogue à celle qui accompagne la transformation martensitique.

L'effet adoucissant du pseudo-maclage et du vieillissement dynamique croît avec la teneur en carbone. La résistance mécanique de l'acier s'en trouve donc augmentée, à condition que la teneur en carbone soit d'au moins 0,2%. Enfin, on constate sur la figure unique que l'écartement des lignes d'énergie de défaut d'empilement constante augmente avec la teneur en carbone. Cela signifie que les alliages à forte teneur en carbone sont moins sensibles à des écarts donnés sur la teneur en carbone que les alliages à faible teneur en carbone.

Le remplacement partiel du manganèse par du carbone présente donc des avantages aussi bien économiques que métallurgiques. D'après la figure unique, un ajout de 0,2% de carbone permet de se passer de 4 à 5% de manganèse à énergie de défaut d'empilement constante. Un domaine encore plus préféré de teneurs en carbone et manganèse est donc  $0,2\% \le C \le 1,2\%$  et  $10\% \le Mn \le 30\%$ , la relation (1) étant, par ailleurs satisfaite.

L'augmentation de la teneur en carbone peut, cependant, présenter des inconvénients au-delà d'une certaine limite. En effet, il y a un risque que dans des alliages dont la composition se situerait dans le domaine préféré précédent, une précipitation de carbures du type  $M_5C_2$  et  $M_{23}C_6$  se produise lors d'un refroidissement lent. Un tel refroidissement lent peut être celui subi par une bande bobinée après avoir été coulée directement sous forme de bande mince ou laminée à chaud. Le carbure  $M_3C$  peut également précipiter pendant la transformation perlitique.

Ces précipitations de carbures sont préférentiellement à éviter, car elles appauvrissent la matrice en carbone et diminuent ainsi l'énergie de défaut d'empilement, donc tendent à défavoriser le maclage au profit des transformations martensitiques  $\gamma \to \epsilon$  et/ou  $\gamma \to \alpha'$ . Comme on l'a dit, la formation de martensite  $\alpha'$  doit être évitée, et il est préférable que la proportion de martensite ε ne dépasse pas 20% pour éviter une fragilisation du matériau. D'autre part, ces carbures, dont certains sont aciculaires, sont eux-mêmes fragilisants et risquent de provoquer l'apparition de fissures lors du déroulage de la bande bobinée. Si la bande doit être bobinée à une température relativement élevée, il est donc préférable de ne pas imposer une teneur en carbone trop forte à l'acier, si on désire éviter de devoir procéder ensuite à un recuit de remise en solution des carbures suivi d'une hypertrempe. Dans la majorité des cas correspondant à l'utilisation d'outils industriels conventionnels, il sera préférable de ne pas dépasser une teneur en carbone de 0,8%. Dans ces conditions, pour compenser la diminution de la teneur maximale en carbone par rapport au domaine préféré précédemment défini, il faut remonter la teneur minimale en manganèse jusqu'à 15%. On obtient ainsi un domaine de composition encore plus avantageux où 0,2% ≤ C  $\leq 0.8\%$  et 15%  $\leq Mn \leq 30\%$ .

5

10

15

20

25

30

C'est l'association du maclage de déformation au durcissement par le carbone qui permet de combiner résistance et ductilité, et ainsi d'obtenir de hautes caractéristiques mécaniques. L'échantillon E a une énergie de défaut d'empilement de 17 mJ/m², mais ne contient que 0,19% de carbone. Sa résistance n'est donc que de 750 Mpa. Une teneur en carbone d'au moins 0,4% est nécessaire à l'obtention d'une résistance supérieure à 950 MPa, comme le montre l'échantillon F. Cette augmentation de la teneur minimale en carbone impose de ramener la teneur maximale en manganèse à 24% si on désire rester à une valeur de l'énergie de défaut d'empilement de 15 mJ/m² environ, et conserver ainsi le même degré de maclage par déformation.

Le domaine de composition optimal pour les alliages de l'invention est donc  $0.4 \% \le C \le 0.8\%$  et  $20\% \le Mn \le 24\%$ . On peut, par exemple, proposer une teneur en carbone de 0.6% et une teneur en manganèse de 22%, comme

dans les échantillons G, H et I qui présentent les produits Rm.A les plus élevés du tableau 1.

Ces valeurs des teneurs en carbone et manganèse sont optimales en ce qu'elles procurent à température ambiante des énergies de défaut d'empilement adéquates de l'ordre de 5 à 25 mJ/m². Cependant, si la mise en forme des tubes doit être effectuée à une température sensiblement inférieure à l'ambiante, des teneurs maximales en carbone et en manganèse plus élevées peuvent être recommandables pour que l'énergie de défaut d'empilement (qui, comme on l'a dit, diminue lorsque la température baisse) soit conservée à un niveau permettant qu'un maclage soit significativement observé. C'est pourquoi, dans l'esprit de l'invention, la teneur en carbone de l'alliage peut aller jusqu'à 2% et la teneur en manganèse jusqu'à 40%.

10

15

20

25

30

Concernant les autres éléments d'alliage entrant dans la composition de l'acier selon l'invention ou susceptibles d'y entrer, les commentaires suivants peuvent être formulés.

La teneur maximale en silicium de 5% est justifiée par la nécessité de conserver une bonne soudabilité à l'alliage. Dans la pratique, une teneur inférieure à 1%, de l'ordre de 0,5% ou moins, est recommandable. Pour les teneurs élevées en silicium, les problèmes de soudabilité peuvent être réduits si on procède au soudage en atmosphère inerte.

Les exigences sur les teneurs maximales en soufre, phosphore, aluminium et azote sont dues à la volonté d'obtenir une bonne forgeabilité à chaud pour le matériau. Le soufre et le phosphore fragilisent les joints de grains, et des teneurs trop élevées en aluminium et azote sont susceptibles de conduire à la précipitation de nitrures d'aluminium qui vont gêner la migration des joints de grains lors de la transformation à chaud. Maintenir ces éléments dans les gammes de teneurs précisées permet de conserver une bonne ductilité du matériau à des températures de laminage à chaud suffisamment basses pour ne pas engendrer de défauts de surface du type incrustations de calamine.

En outre, la propreté inclusionnaire de l'alliage a une influence sur sa résistance et son allongement à la rupture. Les sulfures de manganèse constituent la principale source d'endommagements conduisant à une rupture

prématurée. L'amélioration des caractéristiques à rupture est donc une raison supplémentaire pour limiter la teneur en soufre.

La nécessité de limiter les teneurs en titane, niobium et vanadium est due au fait que ces éléments sont susceptibles de former des carbonitrures qui tendent à freiner la recristallisation en entravant la migration des joints. C'est, d'ailleurs, également le cas de l'aluminium. Comme on l'a déjà dit, la taille des grains est un paramètre important pour le réglage des propriétés mécaniques du matériau, et peut être maîtrisée au moyen d'un recuit de recristallisation. Pour que ce recuit de recristallisation soit pleinement efficace, il faut donc limiter la formation de ces carbonitrures.

5

10

15

20

25

30

Les teneurs en chrome, nickel, molybdène, cuivre, cobalt, tungstène, étain, bore, calcium, magnésium, arsenic et antimoine doivent être maintenues dans les limites prescrites pour que ces éléments n'aient pas d'influence notable sur les propriétés mécaniques du matériau.

La coulée de l'acier dont la composition a été citée plus haut peut être effectuée en lingots ou, de préférence, en continu pour obtenir des brames de format classique, d'épaisseur de l'ordre de 200 mm. Il est également envisageable de couler cet alliage sous forme de brames minces (quelques cm d'épaisseur) susceptibles de subir ensuite un laminage à chaud en ligne. Ce procédé donne accès à des bandes laminées à chaud de faible épaisseur, qui peuvent éventuellement ne pas subir ensuite de laminage à froid. Dans ce cas, on obtient des alliages à gros grains (de l'ordre de 20 µm, cette valeur dépendant des températures de fin de laminage et de bobinage), présentant une résistance relativement moyenne mais une ductilité élevée. Il est également envisageable de réaliser la coulée de l'acier par un procédé de coulée directe de bandes minces, pouvant éventuellement subir un laminage à chaud en ligne ou hors ligne. L'application de ce procédé de coulée à la coulée d'alliages fer-carbone-manganèse (différents de ceux de l'invention) a déjà été proposée dans le document EP-A-1 067 203.

Cette étape de coulée étant largement connue et ne présentant pas de particularités par rapport aux pratiques habituelles, elle ne sera pas davantage détaillée ici.

On procède ensuite à un laminage à chaud du produit issu de la coulée. Dans le cas d'une coulée en lingots, le laminage à chaud commence

par un réchauffage suivi d'un dégrossissage qui amène le lingot au format d'une brame classique. Dans le cas d'une coulée en continu classique, on procède directement au laminage à chaud, après une étape de réchauffage de la brame. Ces réchauffages ne doivent pas porter la brame à une température supérieure à la température de solidus des zones ségrégées, sous peine de provoquer l'apparition de « brûlures » qui interdisent toute mise en forme à chaud. A titre d'exemple, la température de solidus d'un alliage Fe-C-Mn à 0,6% de carbone et 22% de manganèse est de l'ordre de 1280°C. Compte tenu de la ségrégation des éléments tels que le manganèse, le phosphore et le carbone qui ont tous les trois un coefficient de partage inférieur à 1, lors du traitement de cet alliage, on recommande de ne pas dépasser une température de réchauffage de 1200°C, pour le lingot avant dégrossissage comme pour la brame avant le laminage à chaud. D'une manière générale, on peut s'assurer de l'innocuité de ce réchauffage en l'exécutant à une température ne dépassant pas la température de solidus de l'alliage moins 80°C.

5

10

15

20

25

30

La précipitation de nitrures d'aluminium lors du réchauffage est également, de préférence, à éviter. Cette précipitation entrave la migration des joints lors de la transformation à chaud. Le produit de solubilité  $K_s$  du nitrure d'aluminium en fonction de la température T s'exprime par :

$$log K_s = log ([Al] \times [N]) = -\frac{6770}{T} + 1,72$$

où [Al] et [N] sont les concentrations pondérales en aluminium et azote en solution solide et T la température en Kelvins. Connaissant ces teneurs dans l'alliage traité, on peut donc en déduire la température de réchauffage avant laminage à chaud à ne pas dépasser pour éviter la précipitation de nitrures d'aluminium. Si la teneur en azote est de 0,05% (teneur maximale préférentielle), la teneur en aluminium en solution solide maximale préférentielle est de 0,03% pour un réchauffage à 1200°C. Pour les températures de réchauffage inférieures à 1200°C, il y a un risque de se retrouver avec des teneurs en azote et aluminium pouvant entraîner une précipitation de nitrures, mais dans la pratique, ces contraintes ne sont pas très difficiles à respecter. Elles doivent cependant être observées pour

l'obtention des résultats les plus satisfaisants sur les produits obtenus par le procédé selon l'invention.

Après ce réchauffage, il est conseillé de procéder à un décalaminage, si l'atmosphère du four de réchauffage a été suffisamment oxydante pour provoquer une apparition de calamine significative, sans que ce décalaminage ne conduise à une perte de température trop importante avant le laminage à chaud qui suit. La présence de calamine primaire à la surface de la brame avant son laminage à chaud peut conduire à des incrustations de calamine dans la brame dégradant la qualité de surface du produit. La calamine incrustée provoque également une détérioration des cylindres du laminoir.

5

10

15

20

30

On procède ensuite au laminage à chaud de la brame, pour obtenir une bande d'épaisseur de l'ordre, par exemple, de 2,5 à 3 mm. Comme les alliages de la composition considérée ne présentent pas de transformation allotropique dans le domaine de température considéré, le chemin de laminage en termes de nombre de passes, de taux de réduction par passe et d'intervalle de temps séparant les passes, est indifférent. La seule contrainte est, le plus souvent, de respecter une température de fin de laminage d'au moins 900°C. En effet, si les alliages fer-carbone-manganèse préparés en laboratoire ont une ductilité suffisante pour pouvoir être laminés jusqu'à 800°C sans risquer l'apparition de criques en rives, la forgeabilité d'un alliage fercarbone-manganèse préparé dans des conditions industrielles est influencée également par ses teneurs en aluminium, azote et soufre. Dans la pratique typique d'une aciérie, on conseille donc :

- de ne pas dépasser une teneur en soufre de 0,01% dans l'alliage 25 coulé ;
  - et de ne pas laminer en dessous de 900°C, à moins d'avoir une teneur en soufre particulièrement faible (de l'ordre de 0,002% ou moins) et des teneurs en aluminium et azote qui garantissent absolument l'absence de précipités de nitrure d'aluminium après le réchauffage.

Concernant les conditions de laminage des alliages fer-carbonemanganèse concernés par l'invention, elles peuvent être comparables en termes de taux de réduction par passe et d'intervalle de temps séparant les passes à celles habituellement pratiquées pour les aciers inoxydables austénitiques de type SUS 304, compte tenu des similitudes de dureté à chaud entre les SUS 304 et les alliages fer-carbone-manganèse de l'invention. A titre indicatif, pour une brame de 160 mm d'épaisseur, on peut fixer une température de sortie du four de réchauffage de 1100°C, une température de sortie de cage dégrossisseuse de 980°C, une épaisseur en sortie de cage dégrossisseuse de 38,5 mm, une température à l'entrée de la cage finisseuse de 912°C, une température de fin de laminage de 910°C, une épaisseur de bande en fin de laminage de 3 mm, une vitesse de sortie de la bande de 259 m/s et une température de bobinage de 480°C.

On procède ensuite, classiquement, au bobinage de la bande obtenue après le laminage à chaud. Il est nécessaire d'éviter la précipitation de carbures de fer au cours du refroidissement des bobines, car :

10

15

20

25

30

- l'appauvrissement en carbone de l'austénite provoqué par cette précipitation modifie l'énergie de défaut d'empilement qui a été réglée au moyen de la composition chimique pour que la cinétique de maclage soit optimale à la température ambiante, lors de la mise en forme du tube ; en cas de précipitation significative de carbures de fer, les propriétés mécaniques escomptées grâce à cette composition ne seront donc pas obtenues ;

- la précipitation des carbures de fer rend l'alliage cassant, donc difficilement laminable à froid.

Sachant que le refroidissement proprement dit, de l'ordre de 10°C/h, commence seulement une à deux heures après le bobinage, il faut bobiner la bande à une température telle que celle-ci ne puisse séjourner de façon prolongée à des températures auxquelles cette précipitation de carbures de fer soit possible. La température de bobinage peut se déduire des diagrammes TTT de l'alliage concerné. A titre d'exemple, pour un alliage fercarbone-manganèse à 0,6% de carbone et 22% de manganèse, un séjour de 2 heures à une température de 500°C ou davantage et de 28 heures à 450°C ou davantage conduit à une précipitation de carbures de fer. En conséquence, dans des conditions industrielles où la bobine doit avoir complètement refroidi avant toute opération ultérieure (décapage, laminage à froid...), il est préférable de ne pas bobiner la bande à une température de plus de 450°C. A cet effet, on peut procéder à un refroidissement de la bande après son laminage à chaud, de manière à l'amener à la température de bobinage désirée. On veillera à amener la bande le plus tard possible à la température

de bobinage, par exemple en différant le refroidissement, de façon à permettre une recristallisation complète de l'acier avant bobinage. Sitôt amené à 450°C, l'acier ne pourra plus recristalliser. Un refroidissement forcé par immersion de la bobine en piscine est aussi envisageable, toujours dans le but d'éviter le domaine de précipitation des carbures.

Toutefois, dans le cas où il n'aurait pas été possible d'éviter une telle précipitation de carbures au bobinage, on peut procéder ensuite à un recuit pour dissoudre ces précipités et remettre ainsi le carbone en solution solide, puis à une hypertrempe pour éviter la reprécipitation des carbures au refroidissement suivant le recuit. Typiquement, la bande est portée jusqu'à une température comprise entre 1000 et 1050°C à une vitesse telle que la bande reste une minute au dessus de 900°C, et 10 à 20 s au dessus de 1000°C, puis elle est refroidie à une vitesse d'au moins 5°C/s. En général, la trempe est effectuée au maximum des possibilités de la ligne.

Dans le cas où la coulée de l'acier est effectuée par coulée de brames minces ou de bandes minces avec un éventuel laminage à chaud en ligne (ne nécessitant, donc, pas forcément de réchauffage préalable), l'homme du métier saura adapter le procédé précédemment décrit en conséquence, sachant que les impératifs métallurgiques dont on a parlé à propos de la température de bobinage et de l'éventuelle nécessité de pratiquer un recuit suivi d'une hypertrempe doivent ici aussi être pris en compte.

Dans les cas où, comme on l'a dit, on désire obtenir un produit relativement épais et ne présentant pas une résistance très élevée, mais possédant une grande ductilité, on peut laisser la bande en l'état sans procéder à son laminage à froid. On peut même chercher à faire grossir le grain en pratiquant un recuit suivi d'une hypertrempe après laminage à chaud, même si les conditions de bobinage avaient permis d'empêcher la précipitation des carbures. A ce stade, on a une taille de grains qui n'est, en général, pas inférieure à 15-20 µm. En revanche, si on veut obtenir une bande fine pour fabriquer des tubes légers, et/ou une bande ayant une forte résistance ne pouvant être obtenue qu'avec une taille de grains de 5 µm ou moins, un laminage à froid est nécessaire. Ce laminage à froid permet également de diminuer la rugosité de la surface de la bande, donc d'obtenir

un aspect de surface compatible avec une utilisation pour former des pièces destinées à rester visibles. Il augmente aussi la capacité de la bande à être revêtue.

Préalablement à son laminage à froid éventuel, la bande doit classiquement être décapée. A titre d'exemple non limitatif, ce décapage peut être effectué dans une solution d'acide chlorhydrique à 20% à température ambiante, en présence d'hexaméthylène tétramine servant d'inhibiteur.

10

15

20

25

30

On procède ensuite au laminage à froid de la bande avec un taux de réduction total qui est fonction non seulement de l'épaisseur finale désirée, mais aussi de la résistance et de la dureté que l'on désire obtenir. A titre indicatif, pour un alliage fer-carbone-manganèse à 0,6% de carbone et 22% de manganèse, la résistance atteint pratiquement 2000 MPa après 60% de réduction, et sa dureté Hv 5 dans les mêmes conditions atteint pratiquement 700. Sur ce même alliage, un taux de réduction de 30% conduit à une résistance de 1500 MPa environ. De manière générale, pour les alliages concernés par l'invention, on peut proposer de réaliser le laminage à froid avec un taux de réduction total minimal de 25%. On peut utiliser un laminoir à froid conventionnel, ou un laminoir Sendzimir qui donne accès, en trois passes, à des taux de réduction de l'ordre de 60-70% y compris pour des alliages présentant une résistance très élevée, supérieure à 1500 MPa. Une épaisseur de 1 mm pour la tôle laminée à froid peut ainsi être obtenue.

En général, il est conseillé de procéder, lors de la première passe du laminage à froid, à une réduction d'épaisseur élevée, de l'ordre de 25% au moins. En effet, l'échauffement produit par une telle forte réduction dès le début du laminage ralentit, voire inhibe, le maclage de déformation, ce qui facilite le laminage. Cette passe peut même être suffisante pour obtenir d'emblée l'épaisseur finale visée.

On procède ensuite à un recuit de recristallisation, de manière à obtenir une taille des grains adéquate pour le contrôle du compromis résistance/ductilité et du rapport Re/Rm (limite d'élasticité/résistance à la traction). Ce recuit de recristallisation doit être effectué par le procédé de recuit continu car un recuit base conduirait à une précipitation de carbures, dont on a vu qu'elle était indésirable. Ce recuit peut être effectué en atmosphère oxydante, en étant suivi d'un décapage ; il peut aussi être du type

« recuit brillant », c'est-à-dire effectué en atmosphère inerte, ce qui permet de s'affranchir du décapage et limite la décarburation superficielle. On peut faire suivre ce recuit par un passage dans un laminoir écrouisseur (« skin-pass ») ou un planage. De manière typique, ce recuit de recristallisation est exécuté à une température de 600-1200°C, pendant 1 seconde à 1 heure, en fonction de la taille des grains que l'on désire obtenir.

5

10

15

20

25

30

A titre d'exemple, un alliage fer-carbone-manganèse à 0,6% de carbone et 22% de manganèse peut, de préférence, subir un recuit brillant à 800°C pendant 90s pour obtenir une taille de grain de l'ordre de 2,5 µm. Les caractéristiques mécaniques obtenues ainsi sont une résistance maximum de 1030 MPa et un allongement à la rupture de 60%.

De manière générale, les alliages fer-carbone-manganèse utilisables dans le procédé selon l'invention peuvent avoir un allongement à la rupture de 90% ou plus, si on tolère une résistance à la traction relativement faible de 600 MPa (chiffres obtenus pour un alliage à 0,2% de carbone, 27% de manganèse, avec une taille de grains de 30 µm). Mais dans la gamme optimale de compositions (0,4 à 0,8% de carbone et 20 à 24% de manganèse), on peut obtenir un allongement à la rupture de l'ordre de 50 à 60% et une résistance à la traction de l'ordre de 1000 MPa pour une taille de grains de 5 µm, voire une résistance à la traction de l'ordre de 1200 MPa pour une taille de grains de 1 µm.

Outre leurs caractéristiques mécaniques favorables aux utilisations envisagées dans l'invention, ces alliages se distinguent par une excellente soudabilité du fait, notamment, qu'ils contiennent optimalement peu ou très peu de silicium, dont l'oxyde est difficile à réduire, et du fait de leur structure austénitique qui rend sans objet les concepts de trempabilité martensitique et/ou de carbone équivalent qui doivent normalement être pris en compte lors de l'utilisation des aciers ferritiques classiques pour former des petits tubes soudés. De plus, ces alliages peuvent sans difficulté recevoir un dépôt uniforme et adhérent de zinc par électrozingage, en particulier dans le cas où ils ont été laminés à froid.

On procède ensuite à la fabrication du petit tube soudé, en utilisant pour cela les procédés classiques. La réussite de cette fabrication est en grande partie conditionnée par la propreté de la soudure. En conséquence, un excellent décapage préalable (en particulier si on n'a pas procédé à un recuit brillant de la bande laminée à froid) est nécessaire pour ne pas occlure des oxydes de surface dans le cordon de soudure.

Après un refendage de la tôle, un cisaillage de ses rives et un formage progressif pour amener ses bords jusqu'à accostage, le tube est soudé de manière classique par résistance électrique, laser ou hautes fréquences. On procède ensuite à un raclage interne et externe du bourrelet de soudure pour éliminer les variations d'épaisseur. Ces variations d'épaisseur seraient défavorables à l'hydroformage et endommageraient l'outil de mise en forme.

10

15

20

25

30

Cette mise en forme du tube peut avoir lieu par étirage à froid. A cet effet, l'épaisseur du tube est réduite par traction à travers une filière qui calibre le diamètre extérieur et, le plus souvent, sur un mandrin qui calibre le diamètre intérieur. En utilisant des filières et des mandrins adaptés, l'étirage peut être utilisé pour mettre en forme les tubes et transformer une ébauche de section circulaire en un produit présentant une autre géométrie.

La mise en forme peut également avoir lieu par hydroformage. Selon ce procédé, on fabrique un corps creux de forme plus ou moins complexe en déformant un tube sous l'action conjointe d'une pression interne et de forces de compression agissant aux extrémités du tube. Les alliages fer-carbonemanganèse utilisés dans l'invention ont un coefficient d'écrouissage de l'ordre de 0,5, ce qui est très favorable à leur bon comportement lors de l'hydroformage, et permet d'obtenir des pièces de forme complexe qui seraient inaccessibles par l'emploi d'aciers plus classiques. Seuls certains aciers inoxydables austénitiques seraient susceptibles d'avoir des performances comparables.

De manière générale, l'utilisation d'alliages fer-carbone-manganèse présentant les compositions indiquées procure au métal une grande variété de comportements, qui permettent soit d'obtenir des tubes soudés présentant de meilleures caractéristiques mécaniques que les produits existants, soit d'obtenir des caractéristiques mécaniques équivalentes à celles des produits existants, mais pour un coût de production moindre et/ou pour une quantité de matière mise en jeu moindre, conduisant à un allègement appréciable de la pièce. Ainsi, avec l'alliage à 0,2% de carbone et 27% de manganèse précité

dont l'allongement en traction dépasse 90%, on peut supprimer les recuits intermédiaires, et envisager d'augmenter les hauteurs de piquage. Quant à l'alliage à 0,6% de carbone et 22% de manganèse dont la résistance à la traction est de 1000 à 1200 MPa, il permet d'obtenir un gain de masse important sur le tube final et de simplifier le pilotage de son étape de mise en forme, car cette haute résistance élargit le domaine de chargement en réduisant la zone d'éclatement lors de l'hydroformage. Enfin, de façon générale, en raison de leur forte capacité d'écrouissage, l'étirage et l'hydroformage des alliages fer-carbone-manganèse selon l'invention ont aussi l'avantage d'uniformiser les caractéristiques mécaniques en tout point du tube.

#### **REVENDICATIONS**

- 1. Procédé de fabrication d'un tube soudé, du type comportant une étape finale d'étirage ou d'hydroformage, caractérisé en ce que :
- on procède à l'élaboration d'un alliage de composition, exprimée en pourcentages pondéraux :
  - C ≤ 2%;
  - Mn compris entre 10 et 40%, avec Mn% > 21,66 9,7 C%;
  - Si ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%, optimalement ≤ 0,5%;
- 10 S ≤ 0,3%, préférentiellement ≤ 0,05%, optimalement ≤ 0,01%;
  - P  $\leq$  0,1%, préférentiellement  $\leq$  0,05%;
  - Al ≤ 5%, préférentiellement ≤ 0,1%, optimalement ≤ 0,03%;
  - Ni ≤ 5%, préférentiellement ≤ 2%;
  - Mo ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%;
- Co ≤ 3%, préférentiellement ≤ 1%;
  - W ≤ 2%, préférentiellement ≤ 0,5%;
  - Cr ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%;
  - Nb ≤ 1%, préférentiellement ≤ 0,1%;
  - V ≤ 1%, préférentiellement ≤ 0,1%;
- 20 Cu ≤ 5%, préférentiellement ≤ 1%;
  - N ≤ 0,2%, préférentiellement ≤ 0,1%, optimalement ≤ 0,05%;
  - Sn ≤ 0.5%, préférentiellement ≤ 0.1% :
  - Ti ≤ 1%, préférentiellement ≤ 0,1%;
  - B ≤ 0,1%, préférentiellement ≤ 0,01%;
- chacune des teneurs en Ca et Mg ≤ 0,1%, préférentiellement ≤ 0,01%;
  - chacune des teneurs en As et Sb  $\leq$  0,1%, préférentiellement  $\leq$  0,05%;
- on procède ensuite à la coulée d'un demi-produit à partir de cet 30 alliage,
  - a) soit sous forme d'un lingot qui subit ensuite un dégrossissage par laminage à chaud pour le transformer en brame, soit directement

sous forme d'une brame, ladite brame étant ensuite laminée à chaud sous forme d'une bande puis bobinée,

b) soit sous forme d'une bande mince;

5

10

15

20

25

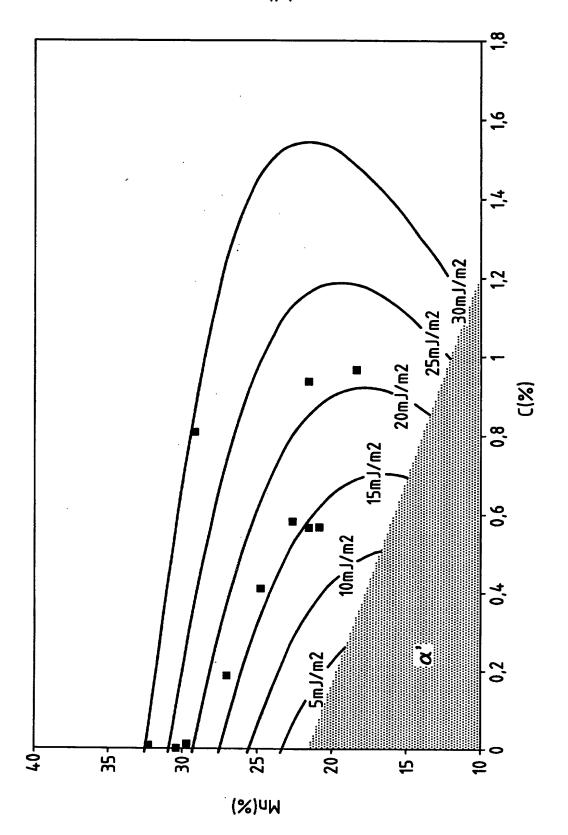
30

- on procède ensuite à un décapage de la bande si celle-ci est oxydée en surface ;
  - on procède enfin à la fabrication du tube soudé par formage progressif d'une tôle découpée à partir de la bande précédente pour amener ses bords jusqu'à accostage, puis par soudage desdits bords, puis par élimination du bourrelet de soudure, puis par étirage à froid ou hydroformage.
  - 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0 et 1,2% et en ce que la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 10 et 35%.
  - 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0,2 et 1,2%, et en ce que la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 10 et 30%.
  - 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0,2 et 0,8%, et en ce que la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 15 et 30%.
  - 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la teneur en carbone de l'alliage est comprise entre 0,4 et 0,8%, et en ce que la teneur en manganèse de l'alliage est comprise entre 20 et 24%.
  - 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le laminage à chaud est précédé d'un réchauffage effectué à une température ne dépassant pas 80°C en dessous de la température de solidus de l'alliage.
  - 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le laminage à chaud est précédé d'un réchauffage effectué à une température à laquelle on ne provoque pas la précipitation de nitrures d'aluminium.
  - 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la température de fin de laminage à chaud est supérieure ou égale à 900°C.

- 9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la température de bobinage après laminage à chaud est inférieure ou égale à 450°C.
- 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'on exécute un recuit suivi d'une hypertrempe de la bande laminée à chaud bobinée, ledit recuit étant effectué dans des conditions permettant la remise en solution des carbures et évitant leur précipitation au refroidissement.
- 11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'après le laminage à chaud et l'éventuel recuit suivi d'une hypertrempe éventuel, on procède à un laminage à froid de la bande, avec un taux de réduction minimal de 25%, précédé par un décapage.
- 12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que le taux de réduction de l'épaisseur de la bande lors de la première passe du laminage à froid de la bande est d'au moins 25%.
- 13. Procédé selon l'une des revendications 11 ou 12, caractérisé en ce qu'on procède à un recuit de recristallisation de la bande à une température de 600 à 1200°C pendant 1 seconde à 1 heure.
- 14. Tube soudé, caractérisé en ce qu'il a été fabriqué par le procédé selon l'une des revendications 1 à 13.

5

10





## **RAPPORT DE RECHERCHE** PRÉLIMINAIRE

N° d'enregistrement national

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FA 607745 FR 0112160

DOCO	MENTS CONSIDÉRÉS COMME	a	levendication(s) oncemée(s)	Classement attribué à l'Invention par l'INPI
atégorie	Citation du document avec Indication, en cas d des parties pertinentes	e besoin,		viiboii pai i inri
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 22, 9 mars 2001 (2001-03-09) -& JP 2001 131705 A (KAWASA 15 mai 2001 (2001-05-15) * abrégé *	KI STEEL CORP),		C22C38/04 C21D8/10
	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 06, 30 avril 1998 (1998-04-30) -& JP 10 030153 A (SUMITOMO LTD), 3 février 1998 (1998-1998) * abrégé *	METAL IND 02-03)		
	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 01, 30 janvier 1998 (1998-01-30 -& JP 09 249940 A (SUMITOMO LTD), 22 septembre 1997 (199 * abrégé *	METAL IND		
	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1995, no. 05, 30 juin 1995 (1995-06-30) -& JP 07 041855 A (NIPPON ST 10 février 1995 (1995-02-10) * abrégé *	TEEL CORP),		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7) C22C C21D B21D
	Dette d'act	nèvement de la recherche		Examinateur
		août 2002	Greg	
X : particu Y : particu autre d A : amlère	ÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS  dièrement pertinent à tul seul fièrement pertinent en combinalson avec un locument de la même catégorie  plan technologique ation non-écrite ent intercalaire	T: théorie ou principe à l E: document de brevet b à la date de dépôt et c de dépôt ou qu'à une D: cité dans la demande L: cité pour d'autres rais	a base de l'Inv énéficiant d'un qui n'a été publ date postérieu	ention le date antérieure lié qu'à cette date re.

2

# ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0112160 FA 607745

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé di-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date d96-08-2002 Les renseignements fournis sont donnés à titre Indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

a	Documen u rapport	t brev de re	et ci	té chie	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP	200113	3170	)5 	Α	15-05-2001	AUCUN	
JP	10030	153	5	Α		AUCUN	
JP	092499	940	5	Α		AUCUN	
JP	070418	355	5	Α		AUCUN	
					<del>'</del>	·	
					,		
				ē			
	•						
						•	
					•		
•						·	
					-		